

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-43433

(P2004-43433A)

(43) 公開日 平成16年2月12日(2004.2.12)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C07C 225/16	C O 7 C 225/16	4 H O O 6
C07C 221/00	C O 7 C 221/00	4 J O 2 9
C07D 295/10	C O 7 D 295/10	Z
C08G 63/68	C O 8 G 63/68	

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 24 頁)

(21) 出願番号	特願2003-115840 (P2003-115840)	(71) 出願人	503148085
(22) 出願日	平成15年4月21日 (2003. 4. 21)		奇▲たい▼科技股▲分▼有限公司
(31) 優先権主張番号	91108741		台湾台北縣中和市立德街148巷58号7楼
(32) 優先日	平成14年4月26日 (2002. 4. 26)	(74) 代理人	100065215
(33) 優先権主張国	台湾 (TW)		弁理士 三枝 英二
		(74) 代理人	100076510
			弁理士 掛樋 悠路
		(74) 代理人	100086427
			弁理士 小原 健志
		(74) 代理人	100090066
			弁理士 中川 博司
		(74) 代理人	100094101
			弁理士 館 泰光

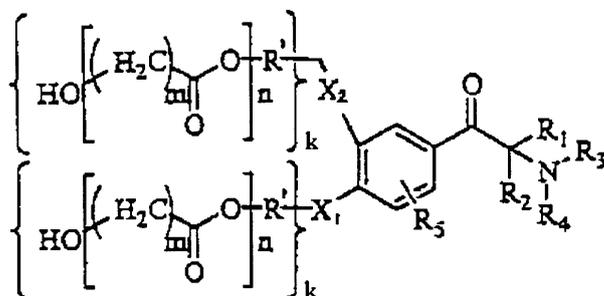
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 モルフォリノケトン誘導体及びその用途

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 新規なモルフォリノケトン誘導体及びその用途を提供する。

【解決手段】 下記一般式、



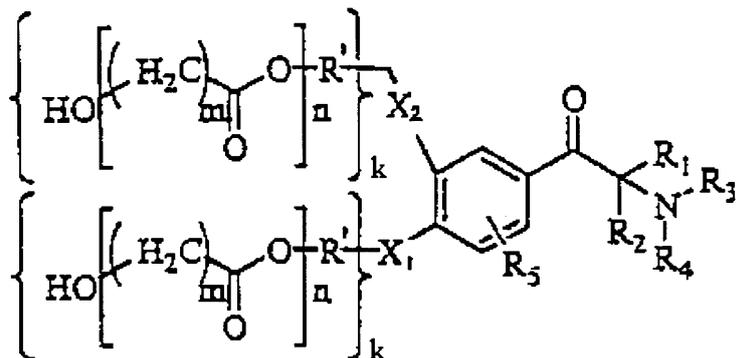
〔式中、 X_1 及び X_2 は、H、S、N、O 又は NR (R はアルキル基を表わす。)を表わし、 X_1 及び X_2 は H でない場合、 $X_1 = X_2$ であり、 R' は、アルキレン基又は $-(CH_2OCH_2)_p-$ (P は整数を表わす。)を表わし、 R_1 及び R_2 は、各々独立して H、フェニル基、アルキル基、アルケニル基、或いはアルコキシ基を表わし、 R_3 及び R_4 は、各々独立してアルキル基を表わし、或いは、 R_3 及び R_4 がつながっている窒素原子と

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 (I) で表わし、

【化 1】



(I)

10

20

30

40

50

式中、

X_1 は、H、S、N、O 又は NR (ここで R は炭素数 1 から 12 のアルキル基を表わし) を表わし、

X_2 は、H、S、N、O 又は NR (ここで R は炭素数 1 から 12 のアルキル基を表わし) を表わし、

X_1 及び X_2 は H でない場合、 $X_1 = X_2$ であり、

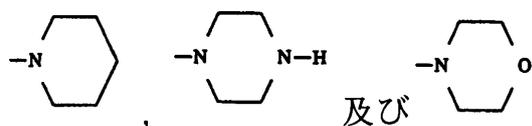
R' は、炭素数 1 から 12 のアルキレン基又は $-(CH_2OCH_2)_p-$ (ここで P は 1 から 4 の整数を表わし) を表わし、

R_1 及び R_2 は、各々独立して H、フェニル基、又はフェニル基によって置換されてもよい炭素数 1 から 12 のアルキル基、炭素数 2 から 12 のアルケニル基、或いは炭素数 1 から 12 のアルコキシ基を表わし、

R_3 及び R_4 は、各々独立してヒドロキシ基によって置換されてもよい炭素数 1 から 6 のアルキル基を表わし、

或いは、 R_3 及び R_4 がつながっている窒素原子と

【化 2】



のいずれかの環式基を形成することを表わし、

R_5 は、H、F、Cl、Br、I、ニトロ基、フェニル基、炭素数 1 から 12 のアルキル基又は炭素数 1 から 12 のアルコキシ基を表わし、

X_1 又は X_2 が、H であるとき、 k は 0 であり、 X_1 又は X_2 が、S、O 又は NR であるとき、 k は 1 であり、 X_1 又は X_2 が、N であるとき、 k は 2 であり、

m は 2 から 5 の整数であり、

k が 1 であるとき、 n は 1 から 20 の整数であり、

k が 2 であるとき、 $n = n_1 + n_2$ 20、ただし、 n_1 及び n_2 のいずれも、1 から 10 の整数である、

モルフォリノケトン誘導体。

【請求項 2】

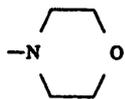
上記 X_1 及び X_2 の中の一方が S であり、他方が H であり、

上記 R' は、エチレン基を表わし、

上記 R_1 及び R_2 のそれぞれは、メチル基を表わし、

上記 R_3 及び R_4 のいずれは、つながっている窒素原子と

【化 3】



の環式基を形成することを表わし、

R₅ はHであり、

mは5である、

請求項1に記載のモルフォリノケトン誘導体。

【請求項3】

上記X₁及びX₂の中の一方がNR（ここで、Rはメチル基及びエチル基の中の一つの基を表わし）であり、他方がHであり、

上記R'は、エチレン基を表わし、

上記R₁は、フェニル基置換のメチル基を表わし、

上記R₂は、エチル基を表わし、

上記R₃及びR₄のいずれも、メチル基を表わし、

R₅はHであり、

mは5である、

請求項1に記載のモルフォリノケトン誘導体。

【請求項4】

光重合性単量体及び請求項1に定義される式(I)化合物を含有する光重合性ポリマー化合物。

【請求項5】

さらに、染料又は着色剤を含有する請求項4に記載の光重合性ポリマー化合物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光重合開始剤として使える新規なモルフォリノケトン誘導体及びその用途に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

UV硬化印刷法は、従来の平板印刷術に比べてより広く応用されており、従来の印刷インキ例えばリソグラフィインキ、オフセットインキ、凸版インキ、フレキシインキ、グラビアインキ、シルクスクリーンインキなどの製造に用いるだけでなく、印刷配線板、フォトレジスト、ソルダマスクや誘電基板の製造にも使われる。通常、UV硬化印刷法において、バインダー、光重合可能なモノマー及び光重合開始剤の使用が必要であり、光重合開始剤が、UV光の照射によって短時間でモノマーを重合させ、ポリマーを生成させる。

【0003】

従来から、不飽和モノマー及びプレポリマーの光化学重合法は周知であり、幅広く利用されている。米国特許第3,661,614号では、(1)約20~98重量%のペンタエリスリトールアクリレート、メタクリレート又はイタコネート、(2)約2~80重量%のハロゲン原子が芳香族または脂環状化合物の環式骨格及び脂肪族の炭素鎖に直結したハロゲン化芳香族、脂環族又は脂肪族炭化水素光重合開始剤、及び(3)着色剤を含有することを特徴とする照射硬化性の無溶媒印刷インキが開示されている。

【0004】

また、米国特許第4,672,079号には、重合性又は重合可能な芳香族脂肪族ケトン、好ましくは、2-ヒドロキシ-2-メチル(4-ビニルプロピオフェノン)、2-ヒドロキシ-2-メチル-p-(1-メチルビニル)プロピオフェノン、p-ビニルベンゾイルシクロヘキサノール、p-(1-メチルビニル)ベンゾイル-シクロヘキサノール、及びそれらの低重合及び重合生成物をエチレン性不飽和のモノマー及びプレポリマーを光

10

20

30

40

50

重合させるための光重合開始剤とすることが開示されている。

【0005】

次いで、米国特許第4,943,516には、(a)1分子中に少なくとも2個のエチレン性不飽和結合を有する感光性プレポリマー、(b)光重合開始剤、(c)希釈剤としての光重合可能なビニルモノマー及び/または有機溶剤、及び(d)その分子内に少なくとも2つのエポキシ基を有すると共に使用される希釈剤にある程度溶解する微細粉末のエポキシ化合物、場合によってさらに(e)エポキシ樹脂のための硬化剤を含有する感光熱硬化性樹脂が開示されており、当該感光熱硬化性樹脂は現像性及び感光性が優れて有効保存時間が長いとある。上記感光熱硬化性樹脂組成物が塗布、露光、現像及びポスト硬化処理を経て、形成されるレジストパターンによれば、粘着力や、絶縁抵抗、電食抵抗に優れている。

10

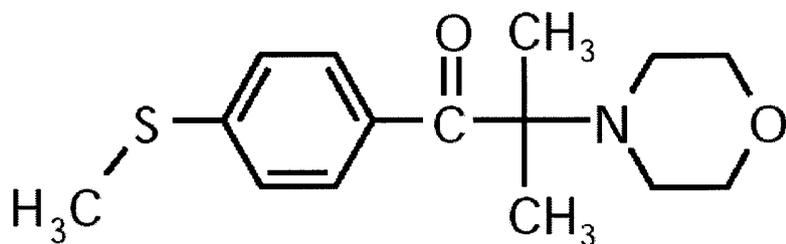
【0006】

さらに、米国特許第4,582,862号には、(a)オレフィン性不飽和光重合可能なバインダー、(b)5~60重量%の顔料、及び(c)0.1~20重量%の式(I)で表わされる光重合開始剤を含有する光硬化可能な着色組成物が開示されている。具体的には、この特許に開示されている2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルフォリノ-プロパン-1-オン(MMMP)は、すでに光重合開始剤として、例えばソルダマスク及びUVインキのような顔料系UVシステムに汎用されている。MMMPは、自体のノニエロ特性を損わずに十分な光速度及び機械性質が得られると言われている。

20

【0007】

【化4】



MMMP

30

【0008】

しかしながら、MMMPを使用すると、硬化後処理において揮発性硫黄残留物による悪臭が問題となる。この臭いは、MMMPの光破砕性によって生じる例えば4-メチルチオベンズアルデヒドから出る揮発性臭気であり、UVインキまたはソルダマスクに用いられる場合、軽度から不快感の程度までさまざまであるが、利用上限度がある。

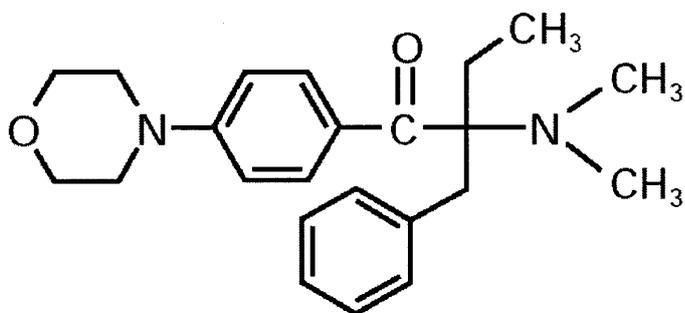
【0009】

上記光重合開始剤を利用する際の制限により、使用者は、MMMPにおける問題である臭いを我慢するか、代わりにMMMP誘導体を使用するかを選択に迫られる(Luigi Angiolini et al., Journal of Applied Polymer Science (1995), 55: 1477-1488; US 4,582,862, US 5,145,885, US 5,506,279, US 5,837,746, WO 96/20795及びUS 6,048,667に参照)。その中、例えば米国特許第5,145,885号は、MMMPに代えて2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)-ブタン-1-オン(BDMB)を使用することを提案している。

40

【0010】

【化5】



BDMB

10

【0011】

また、主としてMMMPまたはBDMBを使って光重合開始剤とするシアン系のような顔料系においては、光重合開始剤が全部混ざり合うまで摺る必要があるが、摺り過ぎると、硬化を早めインキの粘度を増したり果てはゲル化してしまう恐れもある。そのため、重合安定剤例えばヒドロキノンモノメチルエーテル(MEHQ)を添加しなければならないが、そうすると光速度を遅らせる恐れもある。また、MMMP及びBDMBを使用することによってインキの粘度を増すので、例えばフレキシインキなどの低粘度が必要であるものには向かない。

【0012】

上記従来の技術がもたらした問題点に鑑み、光重合開始剤として光重合可能な組成物に用

20

いるための新規な材料の開発が期待される。

【0013】

【特許文献】

米国特許第3661614号明細書

【0014】

【特許文献】

米国特許第4672079号明細書

【0015】

【特許文献】

米国特許第4943516号明細書

30

【0016】

【特許文献】

米国特許第4582862号明細書

【0017】

【特許文献】

米国特許第5145885号明細書

【0018】

【特許文献】

米国特許第5506279号明細書

【0019】

【特許文献】

米国特許第5837746号明細書

40

【0020】

【特許文献】

国際公開第96/20795号パンフレット

【0021】

【特許文献】

米国特許第6048667号明細書

【0022】

【非特許文献】

50

Luigi Angiolini et al., Journal of Applied Polymer Science (1995), 55: 1477-1488

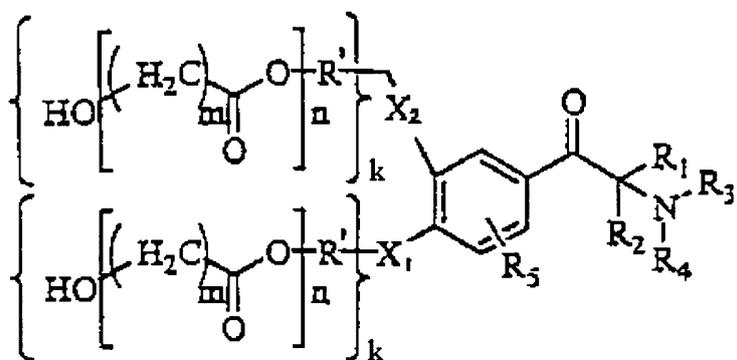
【0023】

【課題を解決するための手段】

上記にもとづき、本発明は、下記一般式(I)で表わす新モルフォリノケトン誘導体を提供しようとするを目的とする。

【0024】

【化6】



(I)

10

20

【0025】

式中、

X_1 は、H、S、N、O又はNR(ここでRは炭素数1から12のアルキル基を表わし)を表わし、

X_2 は、H、S、N、O又はNR(ここでRは炭素数1から12のアルキル基を表わし)を表わし、 X_1 及び X_2 はHでない場合、 $X_1 = X_2$ であり、

R' は、炭素数1から12のアルキレン基又は $-(CH_2OCH_2)_p-$ (ここでPは1から4の整数を表わし)を表わし、

R_1 及び R_2 は、各々独立してH、フェニル基、又はフェニル基によって置換されてよい炭素数1から12のアルキル基、炭素数2から12のアルケニル基、或いは炭素数1から12のアルコキシ基を表わし、

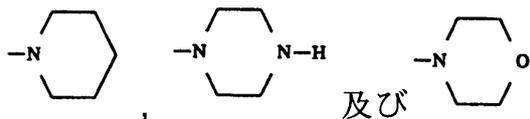
30

R_3 及び R_4 は、各々独立してヒドロキシ基によって置換されてもよい炭素数1から6のアルキル基を表わし、

或いは、 R_3 及び R_4 がつながっている窒素原子と

【0026】

【化7】



40

【0027】

のいずれかの環式基を形成することを表わし、

R_5 は、H、F、Cl、Br、I、ニトロ基、フェニル基、炭素数1から12のアルキル基又は炭素数1から12のアルコキシ基を表わし、

X_1 又は X_2 が、Hであるとき、kは0であり、 X_1 又は X_2 が、S、O又はNRであるとき、kは1であり、 X_1 又は X_2 が、Nであるとき、kは2であり、

mは2から5の整数であり、

kが1であるとき、nは1から20の整数であり、

50

k が 2 であるとき、 $n = n_1 + n_2$ 、 20 、ただし、 n_1 及び n_2 のいずれも、1 から 10 の整数である。

【0028】

本発明はまた、式 (I) で表わされる化合物の用途をも包括する。例えば本発明者は、式 (I) の化合物は光重合開始剤としても有用であることを発見した。従って、本発明の式 (I) の化合物を、光重合単量体化合物とで、光重合可能な組成物例えば印刷インキを作ることができる。

【0029】

以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明は、これらの実施例の範囲に限定されるものではない。

10

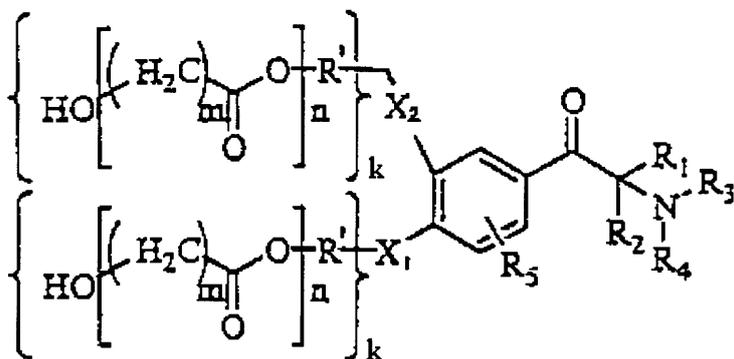
【0030】

【発明の実施の形態】

MMM P から生じた臭気の問題を解決するために、本発明者は、MMM P のメチルチオ基部分にポリマー鎖をつなぐことによって、MMM P の分子構造を変えるいくつかの実験をし、下記の一般式 (I) で表わす化合物を得た。

【0031】

【化 8】



20

(I)

【0032】

30

式中、

X_1 は、H、S、N、O または NR (ここで R は炭素数 1 から 12 のアルキル基を表わし) を表わし、

X_2 は、H、S、N、O 又は NR (ここで R は炭素数 1 から 12 のアルキル基を表わし) を表わし、

X_1 及び X_2 は H でない場合、 $X_1 = X_2$ であり、

R' は、炭素数 1 から 12 のアルキレン基又は $-(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_p-$ (P は 1 から 4 の整数である) を表わし、

R_1 及び R_2 は、各々独立して H、フェニル基、又はフェニル基によって置換されてもよい炭素数 1 から 12 のアルキル基、炭素数 2 から 12 のアルケニル基、或いは炭素数 1 から 12 のアルコキシ基を表わし、

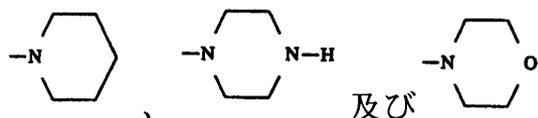
40

R_3 及び R_4 は、各々独立して水酸基によって置換されてもよい炭素数 1 から 6 のアルキル基を表わし、

或いは、 R_3 及び R_4 がつながっている窒素原子と

【0033】

【化 9】



【0034】

のいずれかの環式基を形成することを表わし、

R_5 は、H、F、Cl、Br、I、ニトロ基、フェニル基、炭素数1から12のアルキル基又は炭素数1から12のアルコキシ基を表わし、

X_1 又は X_2 が、Hであるとき、 k は0であり、 X_1 又は X_2 がS、O又はNRであるとき、 k は1であり、 X_1 又は X_2 がNであるとき、 k は2であり、

m は2から5の整数であり、

k は1であるとき、 n は1から20の整数であり、

k は2であるとき、 $n = n_1 + n_2 \leq 20$ であり、ただし、 n_1 及び n_2 いずれかは、1から10の整数である。

【0035】

好ましい実施例としては、 m は5である。

【0036】

好ましい実施例としては、 R' は炭素数1から6のアルキレン基であり、特に、エチレン基、 $-(CH_2OCH_2)-$ 、又は $-CH_2OCH_2CH_2OCH_2-$ である。

【0037】

好ましい実施例としては、 R_1 又は R_2 は各自が一つのメチル基、エチル基、プロピル基、フェニル基置換のメチル基及びフェニル基置換のプロピル基のいずれかであり、特に、 R_1 と R_2 はいずれもメチル基であることがより好ましい。他の実施例としては、 R_1 はフェニル基置換のメチル基であり、 R_2 はエチル基である。

【0038】

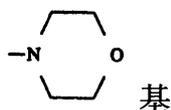
好ましい実施例としては、 R_3 及び R_4 は各自が一つのメチル基、エチル基、プロピル基及び水酸基置換のプロピル基のいずれかであり、特に、 R_3 及び R_4 はいずれもメチル基であることがより好ましい。

【0039】

また他の実施例としては、 R_3 及び R_4 はつながっている窒素原子と、

【0040】

【化10】



【0041】

を形成することがより好ましい。

【0042】

さらに、好ましい実施例としては、 R_5 はH、F、Cl、Br、I、フェニル基又は炭素数1から6のアルキル基であり、とりわけ、 R_5 がHであることがより好ましい。

【0043】

好ましい実施例において、 X_1 及び X_2 の一方はS又はOであって、他方はHであり、 n は3であるのが好ましく、 n が6のときの実施例も悪くない。

【0044】

さらに、好ましい実施例としては、 X_1 及び X_2 の一方はSであって、他方はHであり、 R' はエチレン基であり、 R_1 及び R_2 は各自がメチル基であり、 R_3 及び R_4 はつながっている窒素原子と

【0045】

10

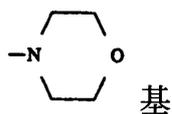
20

30

40

50

【化 1 1】



【0046】

を形成し、 R_5 は H であり、且つ m は 5 である。

【0047】

他にも、 X_1 及び X_2 の一方は N であって他方が H であり、且つ $n_1 + n_2$ は 6 である実施例もある。

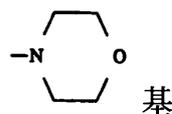
10

【0048】

他にも好ましい実施例としては、 X_1 及び X_2 の一方は N であって他方が H であり、 R' はエチレン基を表わし、 R_1 及び R_2 は各自が別個のメチル基を表わし、 R_3 及び R_4 はつながっている窒素原子と共に

【0049】

【化 1 2】



20

【0050】

を形成し、 R_5 は H であり、 m は整数の 5 であり、 $n_1 + n_2 = 6$ の例もある。

【0051】

さらに、好ましい実施例としては、 X_1 及び X_2 の一方は NR (ここで R は炭素数 1 から 6 のアルキル基を表わし) であって他方が H であり、特に X_1 及び X_2 の一方は NCH_3 であって他方が H であり、 R_1 はフェニル基置換のメチル基であって R_2 はエチル基であり、 R_3 及び R_4 のいずれもメチル基であることが好ましい。他にも、 X_1 及び X_2 の一方は NC_2H_5 であって他方が H であり、 R_1 はフェニル基置換のメチル基であって R_2 はエチル基であり、 R_3 及び R_4 のいずれもメチル基である例もある。

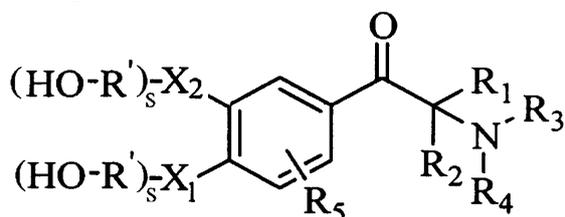
30

【0052】

一般式 (I) の化合物としては、式 (II) の化合物を式 (III) のラクトン化合物によって反応させる工程を有する方法により製造することができる。

【0053】

【化 1 3】



(II)

40

【0054】

式中、

R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、及び R_5 は、上式 (I) における定義と同一であり、 X_1 は、H、S、N、O 又は NR (ここで、R は炭素数 1 から 12 のアルキル基を表わし) を表わし、

X_2 は、H、S、N、O 又は NR (ここで、R は炭素数 1 から 12 のアルキル基を表わし) を表わし、

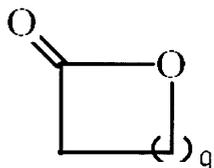
s は 0 又は 1 であり、

50

X_1 及び X_2 のいずれもが H でないとき、 $X_1 = X_2$ であり、且つ s は 1 であり、 X_1 又は X_2 が H であるとき、 s は 0 であり、

【0055】

【化14】



(III)

10

【0056】

ただし、 q は、1 から 4 の整数であるとする。

【0057】

式 (II) の化合物に関しては、従来よく知られている方法例えば、Luigi Angiolini et al., Journal of Applied Polymer Science (1995), 55: 1477-1488 や US 4,582,862、US 5,145,885、US 5,506,279、US 5,837,746、WO 96/20795、US 6,048,667 などの従来技術に開示されている合成手順によって作ることができる。

20

【0058】

本発明にかかる方法に用いられる式 (III) のラクトン化合物は、 ϵ -プロピオラクトン、 γ -ブチロラクトン、 δ -バレロラクトン及び ϵ -カプロラクトンのいずれかであり、好ましい実施例としては、式 (III) のラクトン化合物が ϵ -カプロラクトンによるものがある。上記ラクトン化合物は、例えば、DAICEL 化学社より市販の品がある。

【0059】

ポリマー鎖として上記式 (III) のラクトン化合物を使って MMMP らしい化合物につなぐことは、下記のような利点がある。即ち、

1. 生成物の分子量が容易に制御される、
2. 顔料濡れ性が高い、
3. UV 安定性が高い、
4. 毒性が低い (生物分解性)、及び
5. 粘性が低い。

30

【0060】

本発明の方法は、上記式 (III) のラクトン化合物の開環重合に用いられる触媒によって行うことができる。本発明の方法に用いられる触媒としては、例えば、テトラエチルチタネート (tetraethyl titanate)、テトラプロピルチタネート (tetrapropyl titanate)、テトラブチルチタネートなどのチタン化合物、オクタン酸第一錫 (stannous octoate)、ジブチル錫オキシド (dibutyl-tin-oxide)、ジブチル錫ジラウレート (dibutyl-tin-dilaurate)、ブチル錫トリス (アルカノネート) (n-butyl-tin tris (alkanoate)) などの有機錫化合物、クロロ化第一錫 (stannous chloride)、臭化第一錫 (stannous bromide) などのハロゲン化第一錫化合物 (米国特許第 6,037,393 号に参照) を使用することができる。

40

【0061】

好ましい実施例としては、本発明の方法を錫含有の触媒の存在下において行うことである。特に、触媒の n-ブチル錫トリス (アルカノエート) (n-butyl-tin tris (alkanoate)) 例えば SCAT-24 の下で行うことがより好ましい。

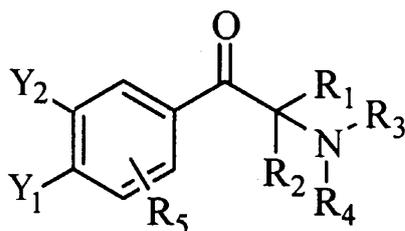
【0062】

50

本発明の方法に用いられる式 (II) で表わす化合物としては、下記一般式 (II') の化合物を下記一般式 (IV) で表わす化合物と反応して生成させて作ると好ましい。

【0063】

【化15】



(II')

10

【0064】

式中、

R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及び R_5 いずれも、上式 (I) における定義と同一であり、

Y_1 は、H、F、Cl、Br、I、又はシアノ基を表わし、

Y_2 も、H、F、Cl、Br、I、又はシアノ基を表わし、

Y_1 及び Y_2 は、Hでないときは、 $Y_1 = Y_2$ である。

【0065】

$R'' \text{ X R}' \text{ OH}$ (IV)

20

式中、

X は、S、NH、O または NR (ここで、R は炭素数 1 から 12 のアルキル基を表わし) を表わし、

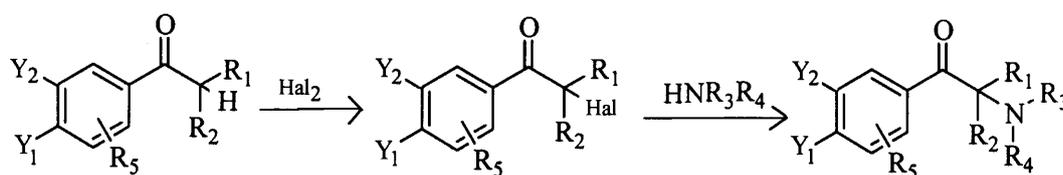
R' は、上式 (I) における定義と同じく、且つ、X が S、O 又は NR であるとき、 R'' は H であり、X が NH であるとき、 R'' は $R' \text{ OH}$ である。

【0066】

上式 (II') 化合物は、周知の方法によって作ることができ、例えば、米国特許第 4,582,862 号にかかる方法を参照し、下記の工程の如く、対応するアリールアルキルケトン化合物内にアミノ基を導入して合成製造される。

【0067】

【化16】



30

【0068】

その中、Hal はハロゲンを表わし、 R_1 から R_5 及び Y_1 と Y_2 は上式 (II') における定義と同一である。

40

【0069】

本発明に用いられる式 (II') 化合物における Y_1 及び Y_2 の一方は H であり、他方が F、Cl、Br 又は I である。好ましい実施例としては、 Y_1 及び Y_2 の一方が H であり、他方が F 又は Cl である。他にも、本発明に用いられる式 (II') 化合物における Y_1 及び Y_2 のいずれも F 又は Cl である例もある。

【0070】

好ましい実施例としては、本発明に用いられる式 (II') 化合物における R_1 及び R_2 のそれぞれは、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、フェニル置換のメチル基及びフェニル基置換のプロピル基のいずれかであり、とりわけ、 R_1 及び R_2 のいずれかはメチル基であるとより好ましい。他にも、 R_1 はフェニル基置換のメチル基であり、 R_2 はエ

50

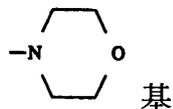
チル基である例もある。

【0071】

本発明に用いられる式(II')化合物としては、 R_3 及び R_4 がつながっている窒素原子と

【0072】

【化17】



10

【0073】

を形成するものとする。

【0074】

また、式(II')化合物において、 R_3 及び R_4 それぞれは、メチル基、エチル基、プロピル基及びヒドロキシ基置換のプロピル基のいずれかであることが好ましい。

【0075】

また、本発明に用いられる式(II')化合物において、 R_5 はH、F、Cl、Br、I、フェニル基、又は炭素数1から6のアルキル基であることが望ましく、とりわけ、Hであるとより好ましい。

20

【0076】

上記式(IV)化合物は、例えばBASF社の市販品がある。

【0077】

また、本発明に用いられる式(IV)化合物は、 $HS(R'OH)$ であり、式中、 R' はエチレン基であると好ましく、他にも、 $NH(R'OH)_2$ であって、式中、 R' が、エチレン基であってもよい。他に、本発明に用いられる式(IV)化合物は、 $RNH(R'OH)$ であり、式中、 R はメチル基又はエチル基であり、 R' はエチレン基である例もある。

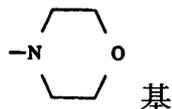
【0078】

本発明においては、下記の式(II')化合物及び下記の式(IV)化合物を用いて式(I)化合物を製造するのも好ましい。ここで、式(II')化合物としては、 Y_1 及び Y_2 の中の一つはHであり、他方はF、Cl、Br、またはIであり、 R_1 及び R_2 のそれぞれはメチル基であり、 R_3 及び R_4 はつながっている窒素原子と

30

【0079】

【化18】



40

【0080】

を形成し、 R_5 はHとする。そして、式(IV)化合物としては、 $HS(R'OH)$ であり、式中 R' はエチレン基である。また、このようにして生成された式(II)化合物は、 ϵ -カプロラクトンと反応させることによって X_1 及び X_2 のいずれかがSであり、他方はHである式(I)化合物を生成する。

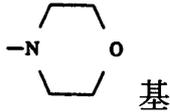
【0081】

また、本発明の方法において下記の式(II')化合物及び式(IV)化合物を用いてもよい。この例では、式(II')化合物として、 Y_1 及び Y_2 の一つがHであり、他方はFまたは、Cl、Br、Iのいずれかであり、 R_1 及び R_2 のそれぞれはメチル基とされ、 R_3 及び R_4 はつながっている窒素原子と

【0082】

50

【化 19】



【0083】

を形成し、且つ R_5 は H である。他方、式 (IV) 化合物は、 $NH(R'OH)_2$ であり、式中、 R' はエチレン基であるものとする。このように形成された式 (II) 化合物は、直接 ϵ -カプロラクトンと反応させることによって、その X_1 及び X_2 の一方が N であり、他の一つが H であり、且つ $n_1 + n_2 = 6$ である式 (I) 化合物が製造される。

10

【0084】

他の実施例としては、本発明の方法において下記の式 (II') 化合物及び式 (IV) 化合物を用いてもよい。この例では、式 (II') 化合物として、 Y_1 及び Y_2 の一方が H であり、他方は F または、Cl、Br、I のいずれかであり、 R_1 及び R_2 のそれぞれはメチル基、エチル基、フェニル基置換のメチル基及びフェニル基置換のエチル基の中のいずれかとされ、 R_3 及び R_4 のいずれもメチル基で表わされ、且つ R_5 は H である。他方、式 (IV) 化合物は、 $RNH(R'OH)$ であり、式中、R はメチル基又はエチル基であり、 R' はエチレン基であるものとする。このように形成された式 (II) 化合物は、直接 ϵ -カプロラクトンと反応させることによって、その X_1 及び X_2 の一方が NR (ここで、R はメチル基又はエチル基) であり、他方が H である式 (I) 化合物が製造される。

20

【0085】

本発明はまた、式 (I) で表わされる化合物の用途をも包括する。本発明によれば、式 (I) 化合物は光重合開始剤として用いることもでき、MMMP におけるような臭気がなく、その中に含まれた光重合性化合物の粘性を増加させることもない。従って、従来から周知の方法と同様に光重合性モノマー、光増感剤、及び顔料又は染料、他の、光重合性ポリマー化合物製造において当業者が常に利用している添加剤と共に本発明により作られた式 (I) の化合物を光重合開始剤として用い、例えばオリゴマー、光重合開始剤、アミン協力剤又は他の物性条件剤のような光重合ポリマー化合物を製造することができる。

30

【0086】

本発明における式 (I) 化合物は、例えば、前記従来 of 文献にかかる光重合開始剤としてさまざまな産業に用いることも予期される。例えば、本発明による式 (I) 化合物は、光重合開始剤として UV インキ又は塗膜を製造することができる。また、本発明における式 (I) 化合物は、上記に掲げる文献例えば米国特許第 4,672,079 号に開示されている光重合開始剤のような従来 of 光重合開始剤と組み合わせて使用されることが予期できる。

【0087】

以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明は、これらの実施例の範囲に限定されるものではない。

【0088】

<実施例 1> MMMP - n ($n = 3 ; n = 6$) の合成
 以下、本発明における式 (I) 化合物、即ち、6-ヒドロキシ-ヘキサノン酸 5-(5-{2-[4-(2-メチル-2-モルフォリン-4-イル-プロピオニル)フェニルサルファニル]-エポキシカルボニル}-ペンチロキシカルボニル)-ペンチル エステル (6-hydroxy-hexanoic acid 5-(5-{2-[4-(2-methyl-2-morpholin-4-yl-propionyl)-phenylsulfanyl]-ethoxycarbonyl}-pentyl-oxycarbonyl}pentylester) (MMMP-3) 及び 6-ヒドロキシ-ヘキサノン酸 5-(5-{2-[4-(2-メチル-2-モルフォリン-4-イル-プロピオニル)-フェニルサルファニル]-エトキシカルボニル}-テトラ(ペンチロキシカルボ

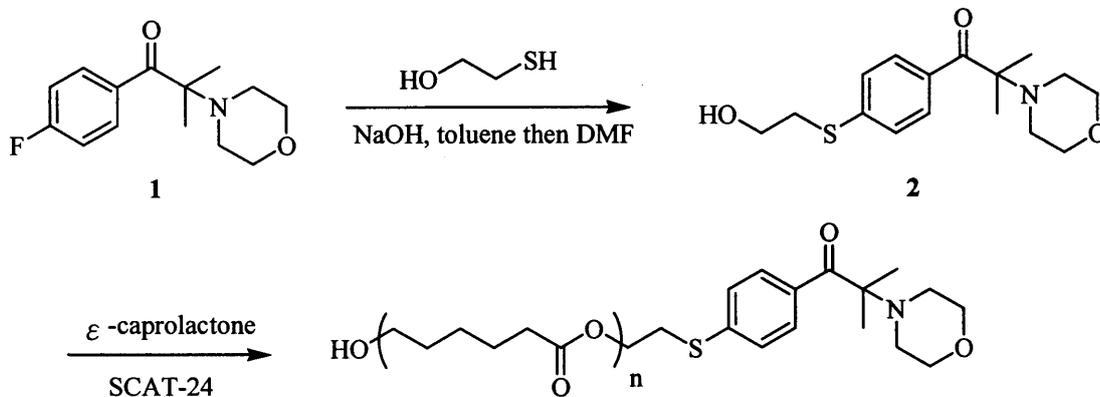
40

50

ニル)ペンチルエステル(5-(5-{2-[4-(2-methyl-2-morpholin-4-yl-propionyl)-phenylsulfanyl]-ethoxy-carbonyl}-tetra(pentylloxycarbonyl)pentylester)(MMMP-6)、並びにその中間化合物、即ち1-[4-(2-ヒドロキシエチルチオ)フェニル]-2-メチル-2-モルフォリノプロパン-1-オン(1-[4-(2-Hydroxyethylthio)-phenyl]-2-methyl-2-morpholinopropan-1-one)(化合物2)について下記に示す過程概略に基いて一例を説明する。

【0089】

【化20】



MMMP-3: n = 3

MMMP-6: n = 6

【0090】

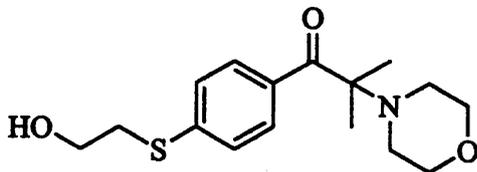
なお、合成された生成物例えばMMMP-3及びMMMP-6が示すように分子量は、化合物2とε-カプロラクトンとのモル比を調整することによって変えることができる。

【0091】

A. 1-[4-(2-ヒドロキシエチルチオ)フェニル]-2-メチル-2-モルフォリノプロパン-1-オン(化合物2)の合成

【0092】

【化21】



【0093】

容量1Lの丸底3つ口フラスコに、メルカプトエタノール94.8g(1.21モル)及びトルエン600mlを仕込み、さらにNaOH 48.6g(1.21モル)を加え、ディーン・スターク装置によって生成された水を集めるよう6時間還流した。次いでトルエン溶剤が留去され、250mlのDMFを加える。次いで、溶液を室温まで冷却させて1-(4-フルオルフェニル)-2-メチル-2-モルフォリノ-1-プロパノン(化合物1; 米国特許第4,582,862号参照)250g(0.93モル)を一度に添加し、窒素雰囲気下で50℃の下で一晩加熱した。そして、室温まで冷却させ、1Lのトルエンで希釈した後、順に水、2%NaOH水溶液及び塩水で洗浄した。そして有機層の分離と同時に真空下で濃縮した結果、黄色の粘性のあるオイルが得られた。該オイルを結晶させて純化し灰色がかった白い結晶(歩留り90%、融点:62-64℃)を得た。

10

20

30

40

50

【0094】

B. MMMP - 3 の合成

窒素ガス雰囲気下で凝縮器が設けられた500mlの3つ口丸底フラスコに、化合物2を200g(0.65モル)、 ϵ -カプロラクトン88.5g及び錫触媒(商品名:SCAT-24、日本三共有機化学社)8gを仕込み、80から85の温度で2時間加熱し、 ϵ -カプロラクトン44.3g及びSCAT-24 4gを上記のフラスコ内に40分毎に4回入れた後、そのまま温度を1時間保持した。そして、水、2%NaOH水溶液及び塩水で順に洗浄し、有機層が分離されて真空下で濃縮した結果、薄い黄褐色のオイル(398g、歩留り95%)を得た。

【0095】

特性の検出:

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3 , 400 MHz): 8.46 (d, J = 8.4 Hz, 2 H), 7.29 (d, J = 8.4 Hz, 2 H), 4.26 (t, J = 6.9 Hz, 2 H), 4.02 (t, J = 6.5 Hz, 6 H), 3.65 (t, J = 3.8 Hz, 4 H), 3.60 (t, J = 6.5 Hz, 2 H), 3.20 (t, J = 6.9 Hz, 2 H), 2.53 (t, J = 3.8 Hz, 4 H), 2.25 - 2.30 (m, 9 H), 1.51 - 1.65 (m, 20 H), 1.30 - 1.42 (m, 10 H), 1.27 (s, 6 H). IR (KBr): 3501, 2942, 2865, 1741, 691, 1588, 1563, 1475, 1402, 1364, 1158, 1120, 1093, 980, 882, 761 cm^{-1} .

【0096】

当該 $^1\text{H NMR}$ 分析に基づいたデータによって計算し、上記オイルのn値が3であることを得た。分子量が279であるMMMPと対比させると、生成物の化合物の分子量は約650であることになる。

【0097】

C. MMMP - 6 の合成

上記MMMP - 3の合成において、 ϵ -カプロラクトン88.5gに代えて354gの ϵ -カプロラクトンを用いた以外は、上記合成と同様にして、淡黄褐色のペースト(歩留り97%)を得た。

【0098】

特性の検出:

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3 , 400 MHz): 8.46 (d, J = 8.4 Hz, 2 H), 7.29 (d, J = 8.4 Hz, 2 H), 4.26 (t, J = 6.9 Hz, 2 H), 4.02 (t, J = 6.5 Hz, 12 H), 3.65 (t, J = 3.8 Hz, 4 H), 3.60 (t, J = 6.5 Hz, 2 H), 3.20 (t, J = 6.9 Hz, 2 H), 2.53 (t, J = 3.8 Hz, 4 H), 2.25 - 2.30 (m, 18 H), 1.51 - 1.65 (m, 40 H), 1.30 - 1.42 (m, 20 H), 1.27 (s, 6 H).

【0099】

当該 $^1\text{H NMR}$ 分析に基づくデータによって計算した結果、当該生成物のnが6であり、分子量が279であるMMMPと比較すると、上記得られた化合物の分子量が960であることが分かる。

【0100】

D. MMMP - 3 及び MMMP - 6 の物性比較

MMMP - 3は室温の下で薄こはく色の液体であるのに対し、MMMP - 6は室温ではペースト状であり、MMMP - 3はその凝結点が-15であると共に、0にて30日を

10

20

30

40

50

経過しても硬化することはない。MMMP-3及びMMMP-6の特性は、表1に示されるとおりである。

【0101】

【表1】

表1

	カードナー色数	70°Fでの粘度	100°Fでの粘度	密度
MMMP-3	4.5	1200cps	423cps	1.082
MMMP-6	4.8	ペースト	1743cps	1.092

10

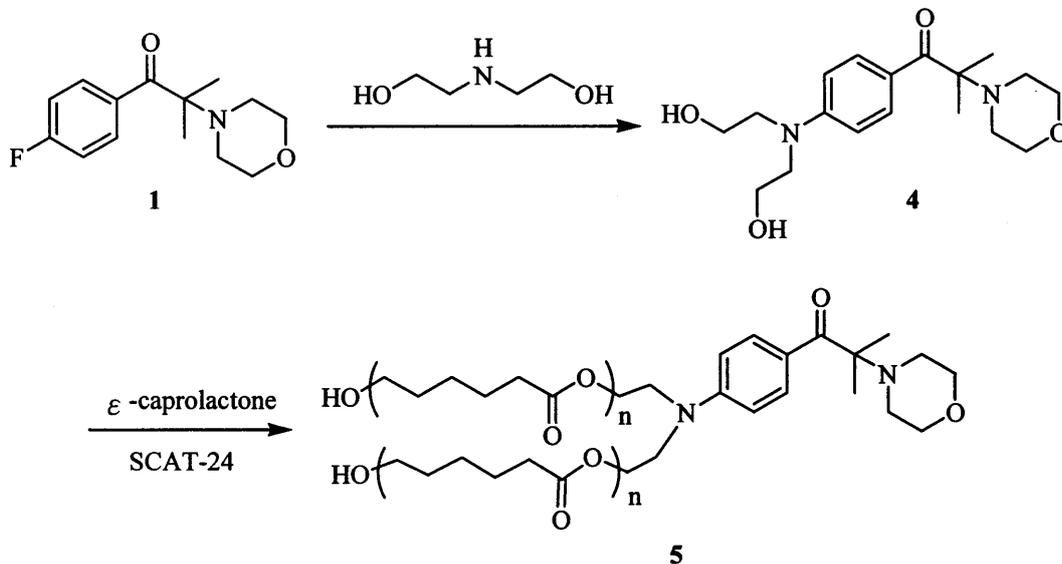
【0102】

<実施例2>

本発明の他の式(I)化合物、即ち、化合物5並びにその中間化合物(1-{4-[ビス-(2-ヒドロキシ-エチル)-アミノ]}-2-メチル-2-モルフォリノ-1-プロパノン(1-{4-[bis-(2-hydroxy-ethyl)-amino]}-2-methyl-2-morpholino-1-propanone)(化合物4)について、下記に示す過程概略に基づく一例を説明する。

【0103】

【化22】



30

【0104】

A. 1-{4-[ビス-(2-ヒドロキシ-エチル)-アミノ]}-2-メチル-2-モルフォリノ-1-プロパノン(1-{4-[bis-(2-hydroxy-ethyl)-amino]}-2-methyl-2-morpholino-1-propanone)(化合物4)の調製

40

100mlの3つ口丸底フラスコに、10g(0.037モル)の1-(4-フルオルフェニル)-2-メチル-2-モルフォリノ-1-プロパノン(1-(4-Fluorophenyl)-2-methyl-2-morpholino-1-propanone)及び58.9g(0.56モル)のジエタノールアミンを仕込み、150℃まで24時間加熱した。次いで溶液を室温まで冷却させて100mlのエタノールで希釈した後順に、水と塩水で洗浄した。回転蒸発器で溶剤を除去させた後、黄色いオイル生成物(11g、歩留り88%)を得た。

【0105】

B. 化合物5の調製

50

窒素ガス雰囲気下で凝縮器が設けられた100mlの三口丸底フラスコに、化合物4が11.0g(0.033mol)、 ϵ -カプロラクトン17.9g及び錫触媒(商品名:SCAT-24、日本三共有機化学社)1.8gを仕込み、80から85の温度で1.5時間加熱し、 ϵ -カプロラクトン9g及びSCAT-240.9gの混合物を上記のフラスコ内に30分毎に3回入れた後、そのまま温度を1時間保持した。そして、室温まで冷却させ、200mlのトルエンで希釈した後、順に水と塩水とで洗浄し、有機層が分離されて真空下で濃縮した結果、粘性のあるオイルが得られた(29.8g、歩留り90%)。

【0106】

当該 ^1H NMR分析に基づくデータによって計算した結果、当該生成物5の $n_1 + n_2$ が6を得た。

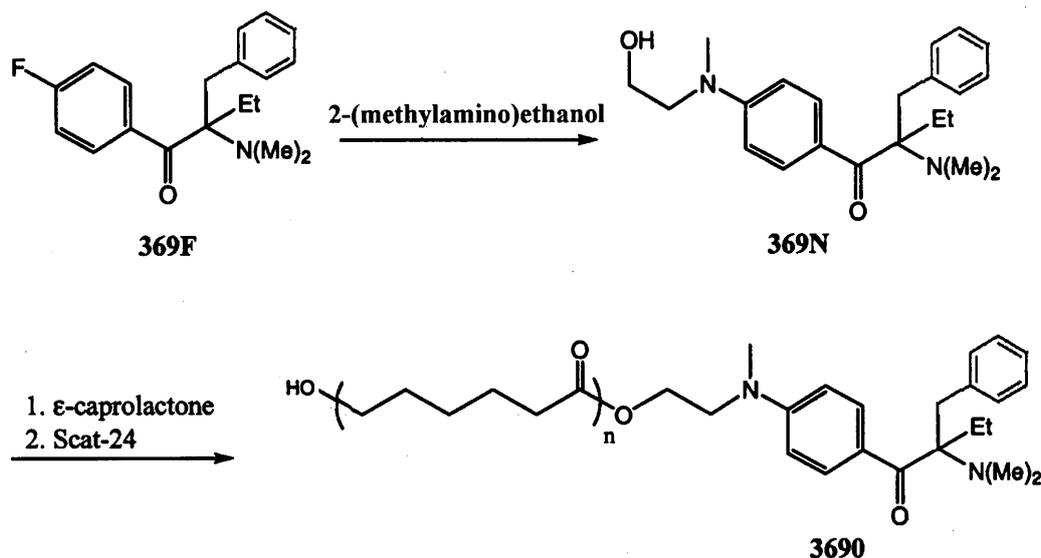
【0107】

<実施例3>

さらに、本発明の他の式(I)化合物、即ち2-オキセパノン、2-{{4-[2-(ジメチルアミノ)-1-オキソ-2-(フェニルメチル)ブチル]-フェニル}-メチルアミノ}-エチルエステル(2-oxepanone, 2-{{4-[2-(dimethylamino)-1-oxo-2-(phenylmethyl)butyl]-phenyl}-methylamino}-ethyl ester)(化合物3690)並びにその中間化合物2-(ジメチルアミノ)-1-{{4-[(2-ヒドロキシエチル)メチルアミノ]フェニル}-2-フェニルメチル-1-ブタノン(2-(dimethylamino)-1-{{4-[(2-hydroxyethyl)methylamino]phenyl}-2-phenylmethyl-1-butanone)}(化合物369N)について、下記に示す過程概略に基づく一例を説明する:

【0108】

【化23】



【0109】

ここで、 n は1から10の整数であって、とりわけ1から6の整数がより好ましい。

【0110】

A. 2-(ジメチルアミノ)-1-{{4-[(2-ヒドロキシエチル)メチルアミノ]-フェニル}-2-フェニルメチル-1-ブタノン(2-(dimethylamino)-1-{{4-[(2-hydroxyethyl)methylamino]-phenyl}-2-phenylmethyl-1-butanone)}(化合物369N)の合成

容量2Lの丸底三口フラスコに、化合物369F(米国特許5,077,402の開示

により用意できる) 100 g 及び 2 - (メチルアミノ)エタノール 600 g を仕込み、均一にかき混ぜ、N₂ によって 5 回パージした。そしてこの混合物を 150 の高温にて 3 時間混ぜて 50 g の化合物 369 F を上記フラスコに入れ、さらに 2 時間攪拌した。次いで、50 g の化合物 369 F を上記フラスコに入れてさらに 4 時間かき混ぜた。この混合物を 40 まで冷却させ、48 、2 Torr の下 470 g の未反応の 2 - (メチルアミノ)エタノールが留去された後、この合成物へ 200 g のトルエン及び 400 g の水を入れ、均一にかき混ぜた。水層を除去した後、さらに水を 200 g 添加しこの混合物を 10 分間かき混ぜた。順に水層及びトルエンを取り除いて化合物 369 N を得た。

【0111】

特性の検出:

10

¹H NMR (CDCl₃, 200 MHz): 8.35 (d, J = 9.0 Hz, 2 H), 7.20 - 7.27 (m, 5 H), 6.66 (d, J = 9.0 Hz, 2 H), 3.82 (t, J = 6.0 Hz, 2 H), 3.56 (t, J = 6.0 Hz, 2 H), 3.22 (s, 2 H), 3.06 (s, 3 H), 2.38 (s, 6 H), 1.40 - 2.10 (m, 2 H), 0.72 (t, J = 7.4 Hz, 3 H).

【0112】

B. 2 - オキセパノン, 2 - { { 4 - [2 - (ジメチルアミノ) - 1 - オキソ - 2 - (フェニルメチル) - ブチル] - フェニル } - メチルアミノ } - エチル エステル (2 - oxepanone, 2 - { { 4 - [2 - (dimethylamino) - 1 - oxo - 2 - (phenylmethyl) - butyl] - phenyl } - methylamino } - ethyl ester) (化合物 3690) の調製

20

上記 A ステップより得られた化合物 369 N へ、150 g の - カプロラク톤を加え、150 まで加熱して Scat - 24 を 0.043 g 入れた。このまま 4 時間経過した後、さらに 78 g の - カプロラク톤を入れて 4 時間かき混ぜた。50 、2 Torr の下、未反応の - カプロラク톤が取り除かれ、赤褐色の粘液を得た (401 g、歩留り 93.7%)。

【0113】

特性の検出 (n = 3):

30

¹H NMR (CDCl₃, 200 MHz): 8.36 (d, J = 8.7 Hz, 2 H), 7.19 - 7.27 (m, 5 H), 6.64 (d, J = 8.7 Hz, 2 H), 4.28 (t, 2 H), 4.03 - 4.06 (m, 4 H), 3.61 - 3.67 (m, 4 H), 3.19 (s, 2 H), 3.05 (s, 3 H), 2.60 (b, 1 H), 2.35 (s, 6 H), 2.27 - 2.31 (m, 6 H), 1.80 - 2.20 (m, 2 H), 1.61 - 1.69 (m, 12 H), 1.34 - 1.41 (m, 6 H), 0.68 (t, J = 7.4 Hz, 3 H).

IR (KBr): 3514, 2940, 2866, 1734, 1657, 1642, 1593, 1547, 1462, 1379, 1249, 1183, 823, 704, 662 cm⁻¹.

40

UV (max) = 335.1 nm.

【0114】

当該 ¹H NMR 分析に基づくデータによって計算した結果、当該生成物の化合物 3690 の n が 3 であり、その分子量が約 650 であるとみられる。

【0115】

<実験 1> 光速度性能及び臭気の比較

この実験において、本発明による式 (I) 化合物は従来に用いた例えば MMMP と比べて光重合開始剤として有用であるかどうか検証するため、本発明の MMMP - 3、MMP

50

- 6 及び化合物 3690 はそれぞれ下記の表 2 に示している組成をそなえたテスト用インキに使い、従来の MMMP と光速度性能及び臭気を比較した。

【0116】

材料：

1. MMP : Ciba 特殊化学親会社製、商品名「Irgacure 907」。

【0117】

2. MMMP - 3 : 上記実施例 1 から得られた化合物。

【0118】

3. MMMP - 6 : 上記実施例 1 から得られた化合物。

【0119】

4. 化合物 3690 : 上記実施例 3 から得られた化合物。

【0120】

5. エチルミリスチン酸 : 台湾 CHitec 化学会社製 ; 商品名「CHivacure EMK」 ; 印刷インキの光重合に用いる光重合開始剤。

【0121】

6. イソプロピル チオキサロン : 台湾 CHitec 化学会社製 ; 商品名「CHivacure ITX」、印刷インキの光重合に用いる光重合開始剤。

【0122】

7. トリメチロールプロパン トリアクリレート、TMP TA : UCB 化学会社製 ; 印刷インキの光重合の単量体化合物として使用。

【0123】

8. Ebery 1 3702 : UCB 化学会社製 ; 印刷インキの光重合のオリゴマーとして使用。

【0124】

9. Fastogen Blue 5380 - E (C.I.B. - 15.3) : 大日本印刷化学社製、印刷インキにおいて顔料として使用。

【0125】

方法：

A. テスト用インキの組成 : 表 2 に示した通りの成分がそれぞれ違った 3 つのインキが配合された。

【0126】

【表 2】

10

20

30

表 2

	インキ 1	インキ 2	インキ 3	インキ 4
MMMP	4* ¹	—	—	
MMMP-3	—	8* ²	—	
MMMP-6	—	—	1 2	
化合物 3 6 9 0				8* ²
エチルミリスチン酸	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
イソプロピルチオキサロン	1. 0	1. 0	1. 0	1. 0
TMPTA	2 5	2 5	2 5	2 5
Ebecryl 3702	6 0	6 0	6 0	6 0
Fastogen Blue 5380-E (C.I.B.-15:3)	5	5	5	5
3 本ロール付ミルによる研磨	2 回	—* ³	—	—

* 1 : 重量で計量する

* 2 : 同じ当量による.

* 3 : 摺らずに混ぜる

【 0 1 2 7 】

B . 光重合 : ハードボードにインキを塗布した後、型番 F 3 0 0 S のランプによる 3 0 0 W / i n の照射量であてて 1 0 μ m 厚の硬化塗膜を形成した。

【 0 1 2 8 】

C . 光速度 : i n / m i n の単位でタックフリーの塗膜が形成されるまでに必要な照射回数により評価。

【 0 1 2 9 】

D . 臭気 : 各塗膜を 8 0 、 5 分加熱し、加熱している間に臭気があるかどうかによって評価。

【 0 1 3 0 】

結果 :

表 2 のインキのそれぞれ光速度及び臭気について評価の結果は下記の表 3 の如く示される。

【 0 1 3 1 】

【 表 3 】

表 3

	インキ 1	インキ 2	インキ 3	インキ 4
光速度(in/min)	6 4 0	6 2 0	5 4 0	7 0 0
硬化後の臭気	刺激臭気	なし	なし	なし

【 0 1 3 2 】

表3の結果から、インキ2 (MMMP-3含有)、インキ3 (MMMP-6含有)及びインキ4 (化合物3690含有)についてはインキ1如くの悪臭を生じない。そして、同じ当量の下で、インキ2はインキ1の光速度とほぼ同一である。これは、本発明の式(I)化合物を使った光重合開始剤によるインキの光の照射によって形成された塗膜における重合性構成の有効性が裏付けられる。また、本発明によるいずれかの化合物も、摺らずに単にかき混ぜることによって印刷インキを製造することができる利点がある。

【0133】

<実験2>粘性についての評価

本発明の式(I)化合物即ちMMMP-3、MMMP-6及び化合物3690が、従来のMMMPと比べて製品の粘性にどのような影響を及ぼすのか、特に夏季など高温下で運搬及び貯蔵する場合について、表2に示された4種類の印刷インキによって粘性実験を行った。そして実験のとき、夏季の運搬及び貯蔵を模擬した高温環境での最低加熱条件で一定の時間行った。

10

【0134】

方法：

それぞれのインキを温度を60に設定したオープンに入れ、表4に示された時間間隔にてそれぞれの一部を出して測定する。その測定結果は表4の如く示される。それぞれについてcps単位でブルークスフィールド社製型番RV-DV-1粘度計で計測した値を粘性とする。

【0135】

20

結果：

表2に示すインキそれぞれについて測定した結果を表4に示す。

【0136】

【表4】

表4

時間 (hr)	インキ1	インキ2	インキ3	インキ4
0	6280* ¹	4400	4120	3800
24	6480	5000	4500	ゲル状
64	8270	6510	5700	ゲル状
200	12400	9640	9200	ゲル状

30

*1 : cps 単位

【0137】

表4から、MMMP-3、MMMP-6及び化合物3690含有のインキは、従来のMMMP含有のインキ1と比べて、開始粘度が低く、ゲル化し難いことが分かった。特に、MMMP-3またはMMMP-6含有のインキがゲル化により一層強いことを示した。

40

【0138】

<実験3> MMMP-3、化合物3690とBDMBの比較

本実験は、MMMP-3及び化合物3690はまたBDMBと光速度及び安定剤無しで缶詰安定性 (in-can stability) について検討する。

【0139】

材料：

1. BDMB : Ciba 特殊化学社製、商品名 : イルガキュア369。

【0140】

2. MMMP-3 : 上記実施例1から得られたもの。

【0141】

50

3. 化合物 3690 : 上記実施例 3 から得られた化合物。

【0142】

4. エチルミリスチン酸 : 上記実験 1 参照。

【0143】

5. イソプロピル チオキサロン : 上記実験 1 参照。

【0144】

6. TMPTA (トリメチロールプロパン トリアクリレート) : 上記実験 1 参照。

【0145】

7. Ebery 1 3702 : 上記実験 1 参照。

【0146】

8. カーボンブラック : デグサ社製、印刷インキの顔料として使う。

【0147】

方法 :

A. インキの組成 : 標準三本ロール付ミルを使って下記表 5 に示す成分による三種類のインキを作る。

【0148】

【表 5】

表 5

	インキ 5	インキ 6	インキ 7
BDMD	5	—	—
MMMP-3	—	10	—
化合物 3690	—	—	10
エチルミリスチン酸	0.5	0.5	0.5
イソプロピル チオキサロン	1.0	1.0	1.0
TMPTA	25	25	25
Ebecryl 3702	60	60	60
カーボンブラック	3	3	3
摺り混ぜる回数	3 回	—	—

【0149】

B. インキの光重合 : 上記実験 1 の方法。

【0150】

C. 光速度の測定 : 上記実験 1 の方法。

【0151】

D. 臭気の測定 : 上記実験 1 の方法。

【0152】

E. 粘性の測定 : 上記実験 2 の方法。

【0153】

結果 :

表 5 のインキそれぞれの光速度、臭気及び粘性に関する測定の結果は表 6 の通りである。

【0154】

【表 6】

表 6

	インキ 5	インキ 6	インキ 7
光速度(in/min)	550	530	560
硬化後の臭気	なし	なし	なし
粘性 (cps 単位; 変化なし)	6670	3740	4600
粘性 (60℃下、24時間)	ゲル状	3780	ゲル状
粘性 (60℃下、100時間)	ゲル状	6200	ゲル状

10

【 0 1 5 5 】

結論：

上記各実験結果によれば、本発明の M M M P - 3、M M M P - 6 化合物及び化合物 3 6 9 0 特に M M M P - 3 は、従来の M M M P と B D M B に比べ、下記の利点がある。即ち、

1 . 従来の臭気問題は克服されている。

【 0 1 5 6 】

2 . 本発明による M M M P - 3 は、等しい当量のもとでは従来の M M M P 及び B D M B 化合物と光速度はいささかも劣らない。

20

【 0 1 5 7 】

3 . さらに低い粘度を有するので、フレキシインキやグラビアインキなどに用いることができる。

【 0 1 5 8 】

4 . 本発明の化合物によれば、ゲル化が早まることなく、安定した粘性を得ることができ、貯蔵寿命を長くすることができる。

【 0 1 5 9 】

5 . 安定剤を要せず、製造工程を少なくして製造コストを減らすことができる。

【 0 1 6 0 】

6 . 摺り混ぜ工程がなくなり、加工手間を省くと共に製造コストを減らすことができる。

30

【 0 1 6 1 】

さらに、化合物 3 6 9 0 の乾燥速度が M M M P - 3 より速く、ほぼ従来の B D M B 化合物に等しい。従来の B D M B 化合物と同様に化合物 3 6 9 0 は、さらに 5 % の安定剤の添加によって従来の B D M B 化合物にあったゲル化問題を解決することができる。本発明の化合物 3 6 9 0 を用いるときは、摺り混ぜる必要がなく、インキ系の粘性を低下させることができる。したがって、本発明の化合物 3 6 9 0 は従来の B D M B 化合物より優れている。

。

フロントページの続き

(74)代理人 100099988

弁理士 斎藤 健治

(74)代理人 100105821

弁理士 藤井 淳

(74)代理人 100099911

弁理士 関 仁士

(74)代理人 100108084

弁理士 中野 睦子

(72)発明者 曲 清蕃

台湾台北縣中和市立德街148巷58号7楼

(72)発明者 楊 郡慈

台湾台北縣中和市立德街148巷58号7楼

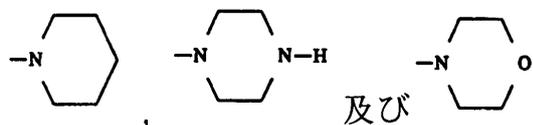
(72)発明者 楊 孔碩

台湾台北縣中和市立德街148巷58号7楼

Fターム(参考) 4H006 AA02 AA03 AB48 AC52 BA11 BA45 BJ50 BN10 BT12

4J029 AA02 AB02 AC04 EG02 EG05 EG07 EG09

【要約の続き】



のいずれかの環式基を形成することを表わし、 R_5 は、水素原子等を表わし、 k は0から2の整数であり、 m は2から5の整数であり、 n は1から20の整数である。)で表わされるモルフォリノケトン誘導体

【選択図】 なし